



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 157 748**

⑫ Número de solicitud: 009802355

⑬ Int. Cl.⁷: G01L 7/04
G01L 9/14

⑭

PATENTE DE INVENCION

B1

⑮ Fecha de presentación: **11.11.1998**

⑯ Fecha de publicación de la solicitud: **16.08.2001**

Fecha de concesión: **01.02.2002**

⑰ Fecha de anuncio de la concesión: **01.04.2002**

⑱ Fecha de publicación del folleto de patente:
01.04.2002

⑲ Titular/es: **CONSEJO SUPERIOR DE
INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS
C/ Serrano, 117
28006 Madrid, ES**

⑳ Inventor/es:
**Obradors Berenguer, Francisco Javier y
Sin Xicola, Agustín**

㉑ Agente: **No consta**

㉒ Título: **Analizador termobarométrico.**

㉓ Resumen:

Analizador termobarométrico.

Analizador que se destina a medir presiones de gases en general, con temperaturas variando de ambiente hasta cerca de 900°C, en ampollas cerradas de cuarzo. Estos gases aparecen durante la descomposición y/o síntesis de diversos materiales, tales como superconductores a base mercurio en los compuestos del tipo $\text{HgBa}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+2+x}$ sinterizados a temperaturas elevadas en ampollas cerradas de cuarzo. Este equipamiento es apropiado para la investigación científica en la área de nuevos materiales, permitiendo observar las transiciones de fase sólido-gas en un determinado compuesto químico en función de la temperatura. Esas variaciones pueden dar información sobre las temperaturas en que ocurren las reacciones químicas, velocidades de las reacciones químicas y como también los parámetros termodinámicos del compuesto analizado.

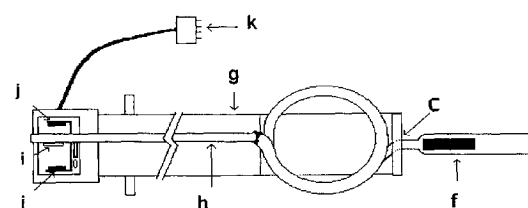


Fig.2

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 37.3.8 LP.

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. C/Panamá, 1 - 28036 Madrid

ES 2 157 748 B1

DESCRIPCION

Analizador termobarométrico.

Sector de la técnica

Equipos de medidas de gases.

Estado de la técnica

El presente invento se refiere a un equipamiento que se destina a medir presiones de gases en general, con temperaturas variando desde temperatura ambiente hasta cerca de 900°C, en ampollas cerradas de cuarzo. Esos gases aparecen durante la descomposición y/o síntesis de diversos materiales, tales como los superconductores de base mercurio de fórmula general $\text{HgBa}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+2+x}$ sintetizados a temperaturas elevadas en ampollas cerradas de cuarzo. Este equipamiento es apropiado para la investigación científica en la área de nuevos materiales, permitiendo observar las transiciones de fase de un determinado compuesto químico en función de la temperatura. Esas variaciones pueden dar información sobre las temperaturas en que ocurren las reacciones químicas, sobre las velocidades de las reacciones químicas y también sobre los parámetros termodinámicos del compuesto analizado.

Los principales parámetros controlados en la técnica de la ampolla sellada con cuarzo durante la síntesis de compuestos, tales como superconductores, son la temperatura y el tiempo de tratamiento. Aún no ha sido presentada una técnica apropiada que pueda medir la presión total in-situ de los gases dentro de un tubo cerrado de cuarzo cuando en su interior tiene lugar una transición de fase sólido-gas y se varía a temperatura del mismo [Y.Y. Xue, R.L. Meng, Q.M. Lin, B. Hickey, Y.Y. Sun, C.W. Chu, Physica C 281 (1997) 11].

Los detectores actuales de presión de gases como los emanados por el mercurio líquido por encima de 470°C no están proyectados para trabajar a altas temperaturas. Para medir la presión de vapor de los gases durante la síntesis de compuestos en que haya una transición de fase sólido-gas, como acontece en los superconductores $\text{HgBa}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+2+x}$ es necesario que el sensor esté a la misma temperatura que el gas y el compuesto. De este modo el sensor debe de estar dentro del horno a la misma temperatura que la ampolla de cuarzo. Esto es necesario ya que el vapor de mercurio se condensa por debajo de 470°C a presión atmosférica. Esta variación de fase hace inviable la colocación de un sensor de presión en la parte externa del horno, a temperatura ambiente, y conectado por un tubo de cuarzo a la ampolla donde esta siendo realizada la síntesis del superconductor, que esta cerca de 850°C.

Sumario de la invención

Para que un sensor de presión funcione en esas condiciones, se precisa resistencia a altas temperaturas, que no sea atacado por el gas del cual está midiendo la presión, que no interfiera en la síntesis del compuesto y que la propiedad física, que va a utilizar como medida de presión, varíe muy poco al variar la temperatura del sistema. El material encontrado para esto fue el propio tubo de cuarzo utilizado para la síntesis del com-

puesto en ampollas cerradas. Este resiste a la temperatura de tratamiento de las muestras, no es atacado por los gases corrosivos y tóxicos y además, el cuarzo posee un bajo coeficiente de dilatación lineal, esto es, su forma no se altera significativamente con la variación de la temperatura. De esta forma es posible usar su propiedad de deformación elástica como sensor de presión, sin que esa medida sea afectada por la variación de temperatura. El sensor usa el mismo principio que el del manómetro de Bourdon [V.L. Streeter, E.B. Wylie, "Mecánica dos Fluidos", 7/e, Editora Mc Graw Hill, Sao Paulo, SP, 1982]. La diferencia significativa es que el manómetro de Bourdon esta hecho de metal, pudiendo ser atacado por gases corrosivos, tales como el mercurio, y trabaja a temperatura ambiente. El elemento medidor de presión, el analizador termobárico (ATB), es un tubo de cuarzo achatado y encurvado en forma de espiral, Fig. 1, cerrado por un lado y soldado en el otro lado a la ampolla de cuarzo con la muestra sin ser tratada, Fig. 2. Cuando la presión interna del tubo aumenta, este tiende a enderezarse. Así la información de la presión dentro de la ampolla de cuarzo puede ser medida por la deformación elástica de la espiral. Para poder acceder a esa información en el exterior del horno, es soldada en la extremidad del sensor una varilla más fina de cuarzo que va hasta el lado exterior del horno, Fig. 4. De este modo la información de la deformación elástica de la espiral está disponible en la parte exterior del horno, a temperatura ambiente. Esta información de la deformación elástica puede ser leída directamente en una escala graduada usando el asta de cuarzo como puntero, o pudiendo usar otro dispositivo que pueda mejorar la detección del movimiento de la varilla de cuarzo. Una de las soluciones posibles para mejorar la detección del movimiento del asta de cuarzo es fijar un imán en la extremidad del asta. Este imán se sitúa entre dos sensores de campo magnético (sonda de efecto Hall), conectados de forma diferencial y alimentados por un circuito electrónico que aporta su alimentación y mide las tensiones de salida. Así cualquier variación de posición de centésimas de milímetro puede ser detectada por el sistema. Los sensores de campo magnético pueden ser montados en una placa de circuito impreso, juntamente con un calentador y aislamiento térmico con relación al ambiente para garantizar el control y la misma temperatura en los dos sensores. El sistema de medida de la posición del imán esta fijo en una extremidad del tubo de cuarzo de aproximadamente 3 cm de diámetro y 50 cm de largo. La otra extremidad de este tubo esta soldada al elemento medidor de presión en el lado que está la ampolla de cuarzo de mayor diámetro. De esta forma el tubo mayor de cuarzo esta siendo el cuerpo y la referencia del instrumento.

El sistema posee tres puntos de apoyo. El primero esta situado debajo del instrumento sensor de presión, el segundo y el tercero están aproximadamente a 15 cm de la otra extremidad fuera del horno, uno en cada lado. La medida de tensión proveniente de las sondas de efecto Hall se realiza por un multímetro. La medida de la temperatura se realiza a través de un termopar situado den-

tro de otro tubo de cuarzo colocado al lado de la muestra. El termopar está conectado a otro multímetro que puede proporcionar directamente la lectura en grados Celsius. La recogida de los datos de tensión y temperatura pueden ser realizadas a mano o vía microcomputador personal en el caso que los multímetros posean una interfaz de comunicación con el microcomputador. Los datos de tensión son convertidos a valores de presión usando una curva de calibración que debe ser realizada previamente.

El analizador termobarométrico objeto de la invención se compone de dos partes básicamente. La primera parte corresponde a un tubo de cuarzo achatado en forma de espiral cerrado por un extremo y abierto por el otro. En la parte abierta irá soldada la ampolla de cuarzo con la muestra a analizar cerrando de esta forma el sistema; en el extremo cerrado del tubo en espiral de cuarzo se suelda un asta de cuarzo que permitirá detectar la variación de presión en función de la presión interna del sistema cerrado. Todo este sistema está sujeto en un cuerpo de referencia consistente en un tubo de cuarzo de mayor diámetro.

El otro componente del analizador termobarométrico corresponde a un sistema de lectura electrónico, tanto de la variación de la presión, mediante el movimiento del asta de cuarzo, como de la temperatura. El asta de cuarzo, lleva un imán colado en el extremo, el cual se ubicará en una cavidad del cuerpo de referencia, que quedará situado entre dos sondas de efecto Hall. El movimiento del imán provoca una señal eléctrica causada por dos sondas de efecto Hall, la cual se convierte en una señal digital, que es registrada por un computador personal. Paralelamente y de forma simultánea se lleva a cabo la medida de temperatura mediante un termopar situado al lado de la muestra a analizar. La señal de temperatura es también digitalizada y registrada vía ordenador personal. Las medidas de presión y temperatura se realizan cada minuto.

El analizador termobarométrico se destina a medir presiones de gases en general, con temperaturas variando desde la temperatura ambiente hasta temperaturas de cerca de los 900°C en ampollas cerradas de cuarzo. Esos gases aparecen durante la descomposición y/o síntesis de diversos materiales, tales como superconductores a base de mercurio en los compuestos del tipo $\text{HgBa}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+2+x}$, sintetizados a temperaturas elevadas en ampollas cerradas de cuarzo. Este equipamiento es bastante apropiado para la investigación científica en el área de nuevos materiales, permitiendo observar las transiciones de fase sólido-gas de un determinado compuesto químico en función de la temperatura en que ocurren las reacciones químicas, dando información sobre las velocidades de reacción químicas así como sobre los parámetros termodinámicos del compuesto analizado.

Descripción de las figuras

La Fig. 1 es una vista superior del elemento sensor de presión. Este está hecho a partir de un tubo de cuarzo achatado (detalle de la sección transversal) y enrollado en forma de espiral, teniendo en total una vuelta y media.

La Fig. 2 es una vista superior del medidor de

presión, donde puede verse una vista de la ampolla de cuarzo conectada a la toma de presión del sensor. En la extremidad de la espiral está conectado un tubo fino de cuarzo y en la otra extremidad de este tubo está fijado un imán, que se coloca entre las dos sondas de efecto Hall. Este dispositivo permite detectar variaciones de décimas de milímetro en la posición del imán y consecuentemente detectar pequeñas variaciones debidas a la deformación elástica del cuarzo provenientes de la presión interna en la espiral de cuarzo.

La Fig. 3 es una vista lateral del medidor de presión. Aquí se pueden ver dos de los puntos de apoyo del medidor.

La Fig. 4 muestra el medidor de presión instalado en un horno mufla. Aquí puede observarse la posición del termopar en el analizador termobárico (ATB). Como se observa el elemento sensor de presión está a la misma temperatura que la muestra; el asta de cuarzo lleva la información afuera del horno donde se encuentran las sondas Hall.

La Fig. 5 presenta el circuito electrónico del medidor donde se realiza la medida de presión y temperatura.

La Fig. 6 representa un montaje para la construcción de la curva de calibración del medidor de presión.

La Fig. 7 presenta una curva de calibración típica obtenida para un ATB.

La Fig. 8 representa una curva de presión en función de la temperatura típica de un ensayo en vacío para obtener el ruido del dispositivo.

La Fig. 9 representa una curva de presión en función de la temperatura obtenida por un ATB durante la síntesis del superconductor $\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$, donde puede observarse la evolución de la presión durante todo el ciclo térmico.

La Fig. 10 muestra el gráfico de la presión en función del tiempo obtenido con la medida. En él se puede observar como varía la presión del gas cuando se mantiene a temperatura constante.

Ejemplo de la realización

La Fig. 1 es una vista superior del elemento sensor de presión. Esta constituido a partir de un tubo de cuarzo de 10 mm de diámetro externo y con paredes de 1 mm de espesor. También se puede usar otros tubos de diámetros y espesores diferentes. El tubo se calienta con una llama y seguidamente se achata, el detalle de la sección transversal está indicado por "a". Seguidamente el tubo es enrollado en forma de espiral en un diámetro aproximado de 40 mm, teniendo en total una vuelta y media de paso, indicado por "b". El punto de toma de la presión está indicado por "c". En este punto se suelda un nuevo tubo de cuarzo para cada nuevo compuesto a analizar por la medida de presión. La otra extremidad de la espiral está cerrada, indicada por "d". En ella está soldado otro tubo de cuarzo de aproximadamente 6 mm de diámetro, indicado por "e", que lleva la información de la deformación elástica para el exterior de la mufla. El diámetro de la espiral puede variar de mayor a menor, dependiendo de la necesidad de un mayor o menor intervalo de presión de trabajo y también varía el número de pasos de rosca de la espiral.

La Fig. 2 es una vista en planta del medidor

de presión donde puede observarse la ampolla de cuarzo con la muestra, conectada a la toma de presión del sensor, indicado por "f". La fijación de la espiral en el cuerpo del medidor de presión, esta indicado por "g". Está hecha en la única región que queda entre la toma de presión y el inicio de la espiral, indicado por "c". El cuerpo del medidor esta constituido por un tubo de cuarzo de aproximadamente 30 ó 40 mm de diámetro y 500 mm de longitud. la extremidad cerrada de la espiral esta conectada con un tubo fino de cuarzo, indicado por "h", y en la otra extremidad de este tubo esta fijado un imán, indicado por "i", que queda entre las dos sondas de efecto Hall, indicadas por "j". Este dispositivo permite detectar variaciones de décimas de milímetro de la posición del imán y consecuentemente detectar las pequeñas deformaciones elásticas del cuarzo debidas a la presión interna del sensor. Las dos sondas de efecto Hall son alineadas utilizando una fuente de tensión y de cada una sale una señal eléctrica que es enviada a un voltímetro. Este puede tener o no una interfaz para un computador. El cable de conexión entre las sondas y la fuente de alimentación, juntamente con el voltímetro, esta indicado por "k". Esta información de la deformación puede ser leída directamente en una escala graduada usando un asta de cuarzo como puntero, o, alternativamente, usando algún otro dispositivo, óptico o mecánico, que permita detectar la variación del movimiento del asta. La región vacía dentro del tubo de cuarzo que hay en el cuerpo medidor, indicado por "g", es rellenada con manta térmica, teniendo como objetivo evitar que el horno caliente las sondas de efecto Hall.

La Fig. 3 es una vista lateral del medidor de presión. Aquí se puede ver los puntos de apoyo del medidor. El primero se sitúa debajo de la espiral y está hecho con cuarzo, indicado por "1". El segundo y el tercero se sitúan aproximadamente a unos 150 mm de la otra extremidad fuera del horno, uno en cada lado, indicados por "2". Estos dos puntos de apoyo pueden ser de cuarzo o de otro material. El celerom se adapta bien pues es resistente y no corre el riesgo de romperse con su manipulación. El asta de cuarzo que lleva la información de la deformación de la espiral, indicada por "h", tiene fijada en la otra extremidad un imán, indicado por "i", que se sitúa entre dos sondas de efecto Hall. Estas dos sondas están en contacto térmico entre sí por una placa metálica para mantener la misma temperatura constante. Este sistema de medida de posición esta envuelto en material aislante térmico y recubierto con papel de aluminio para evitar la penetración de radiación infrarroja, indicado por "l".

La Fig. 4 muestra el medidor de presión instalado en un horno mufla, indicado por "A". Aquí puede observarse la posición del termopar en el ATB, (éste indicado por "B"), que queda dentro de un tubo de cuarzo, que esta colocado al lado del cuerpo del medidor de presiones, quedando bien próximo de la muestra. El elemento sensor de presión está a la misma temperatura de la muestra en cuanto el asta de cuarzo lleva la información hacia el exterior del horno para ser detectado por un par de sondas de efecto Hall.

La separación entre la región caliente dentro de la mufla y la parte externa esta constituida por dos capas de material aislante. La primera por manta térmica, indicada por "C". La segunda, por placas de carbonato de calcio, indicada por "D". También es posible usar otros materiales refractarios y aislantes. Esto se hace necesario porque el medidor posee una parte dentro de la mufla y otra fuera, así la puerta original de la mufla debe de estar abierta, (indicado por "E"). De esta forma esas dos capas de aislante que constituyen la nueva puerta deben aislar las dos extremidades del medidor y no deben hacer presión sobre el medidor. Los únicos puntos de apoyo son los tres pies del aparato, ya que cualquier otro esfuerzo sobre el cuerpo del medidor puede comprometer la medida de presión. En el canto superior derecho puede observarse el termopar de la mufla, indicado por "F". En este medidor es mejor usar termopares independientes para controlar la temperatura de la mufla y para medir la temperatura más aproximada de la muestra, ya que como el termopar de la mufla no se ponga próximo a la muestra, los gradientes de temperatura existentes en la mufla podrían dar un error mayor en la lectura de la temperatura de la muestra. Así el control de la temperatura del horno debe ser hecho por un controlador totalmente independiente del medidor de presión, pudiendo ser usado un controlador comercial con rampas programables para el calentamiento y el enfriamiento. Las dimensiones usuales de la mufla para este modelo de medidor pueden ser de 100 mm de ancho y 300 mm de longitud. El horno usado puede tener dimensiones menores o mayores dependiendo de las dimensiones del medidor usado.

La Fig. 5 representa el circuito electrónico de uno de los posibles medios de transformar el desplazamiento de posición del asta en señal eléctrica. La electrónica del medidor se divide en dos partes: la primera constituida por las fuentes de alimentación y los multímetros, indicada por "aa", la segunda parte esta constituida por el circuito con las sondas Hall que se sitúan en la extremidad del medidor, indicada por "bb". La fuente de alimentación está constituida por un transformador con salida de 12 Volts, un rectificador de onda completa y un condensador electrolítico de 220 μ F por 25V. Esa tensión rectificada es enviada a dos reguladores de tensión. El primero es un 7805, el cual aporta una tensión regulada de 5.0V en su salida. Esta tensión de 5.0V es llevada hasta el pin 1 de las dos sondas de efecto Hall modelo UGN3503 o equivalente, estas indicadas por "cc". El pin 2 es conectado a la tierra del circuito. El pin 3 del componente aporta una tensión que es proporcional a la intensidad del campo magnético que esta sometido. Las señales aportadas en las salidas de las dos sondas Hall son llevadas a través de un cable de conexión hasta un voltímetro digital que indica la diferencia de tensión entre dos salidas, indicado por "dd". El segundo regulador de tensión, 7812, aporta una tensión estabilizada de 12.0V. Esta tensión es usada para alimentar el calentador de las sondas de campo magnético, que está constituido por un transistor MC140 o equivalente, indicado por "ee", dos resistores y un termistor.

El termopar frecuentemente usado es del tipo K, este indicado por "B", queda instalado dentro de un tubo de cuarzo al lado de la muestra. Los hilos del termopar van hasta un multímetro digital que posee una escala para leer directamente en grados Celsius, (indicado por "gg"). Pueden usarse multímetros con interfaz para microcomputador, la cual facilita la adquisición de datos para medidas para largos períodos.

La Fig. 6 representa un montaje para establecer la curva de calibración del medidor de presión. Antes de usar el medidor de presión, es preciso construir la curva de calibración del instrumento, donde se obtiene una función que hace la conversión de voltaje a presión. El medidor, indicado por "m", esta colocado sobre una bancada, indicado por "n", estando apoyado sobre los tres puntos de apoyo y rodeado por una pared de piezas de material refractario que sirven de protección en el caso de rotura del medidor. Una manguera de media presión, indicada por "o", es conectada al punto de toma de presión del medidor, indicado por "c", y una salida de un regulador de presión, indicado por "p", de una bombona de gas inerte como nitrógeno o argón, indicado por "q". La calibración se hace tres veces. Como no hay flujo de gas en el montaje, la presión indicada en la salida del regulador es la misma dentro del sensor de presión. Después se desconecta la manguera del regulador de presión y se conecta a una bomba de vacío para hacer una medida cuando el sistema está bajo vacío. Este procedimiento genera una tabla con diversas presiones y tensiones que serán usadas para establecer la curva de calibración del medidor.

La Fig. 7 representa una curva de calibración típica obtenida para un analizador termobárico. La calibración está hecha hasta 8 bar por medida de seguridad. Haciendo un gráfico de presión en función de la tensión leída se obtiene una recta como función de calibración. Este comportamiento lineal proviene del uso de dos sondas de efecto Hall de forma diferencial, pero para intensidades de campo magnético bien próximas.

La Fig. 8 representa una curva típica de presión en función de la temperatura de un ensayo en

vacío para obtener el ruido de fondo del aparato. El medidor de presión es colocado en el horno mufla con la toma de presión abierta, juntamente con el termopar. El horno se prepara para calentar y se hace el mismo tratamiento térmico, que es usado durante las medidas de presión de los compuestos analizados. Durante este tiempo se toman datos cada minuto. Usando la función de calibración ya determinada para el medidor, se obtiene el ruido de fondo del aparato. La forma de ese ruido puede variar dependiendo de cómo la espiral esta fijada en el cuerpo medidor, Fig. 2c. Esa variación de lectura debida al ruido de fondo representa un máximo del 2% en el fondo de escala del medidor, que puede medir presiones hasta 50 bar. El sistema permite leer variaciones de 0.1 bar en la medida de presión.

La Fig. 9 representa una curva típica de presión en función de la temperatura obtenida con el analizador termobarométrico durante la síntesis del superconductor $\text{HgBa}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$, donde puede verse las temperaturas en que el óxido de mercurio se descompone y los gases reaccionan con el resto del material para formar el superconductor. Esas medidas muestran que el mercurio queda en equilibrio de fases entre los estados sólido y gaseoso, retornando al compuesto durante el enfriamiento. El gráfico representa más de 1500 puntos que fueron adquiridos a razón de una lectura por minuto. Fueron realizadas más de 50 síntesis de superconductores usando este medidor. Los resultados obtenidos hasta ahora son inéditos y están ayudando a definir claramente cómo debe ser la síntesis de los superconductores de mercurio.

La Fig. 10 muestra un gráfico conjugado de presión y temperatura en función que el tiempo obtenido con la medida. En él se puede observar como varía la presión del gas cuando se mantiene la temperatura constante. En el ejemplo presentado, el sistema fue calentado hasta una temperatura de 850°C y mantenido durante 6 horas, y después se desconecta el horno. Este tipo de gráfico permite observar la cinética de las reacciones para saber cuanto tiempo es necesario para sintetizar el compuesto.

REIVINDICACIONES

1. Analizador termobarométrico, **caracterizado** porque se compone de dos partes básicamente:

- La primera parte corresponde a un tubo de cuarzo achatado en forma de espiral cerrado por un extremo y abierto por el otro; en la parte abierta va soldada la ampolla de cuarzo con la muestra a analizar cerrando de esta forma el sistema; en el extremo cerrado del tubo en espiral de cuarzo se suelda un asta de cuarzo que permitirá detectar la variación de presión en función de la presión interna del sistema cerrado. Todo este sistema está sujetado en un cuerpo de referencia consistente en un tubo de cuarzo de mayor diámetro.
- El otro componente del analizador termobarométrico corresponde al sistema electrónico de lectura de la variación de la presión mediante el movimiento del asta de cuarzo y de la lectura de la temperatura; el asta de cuarzo, lleva un imán fijado en el extremo,

el cual se ubicará en una cavidad del cuerpo de referencia que quedará situado entre dos sondas de efecto Hall; el movimiento del imán provoca una señal eléctrica causada por las sondas de efecto Hall la cual es convertida a señal digital para ser será registrada por un computador personal; paralelamente y de forma simultánea se lleva a cabo la medida de temperatura mediante un termopar situado al lado de la muestra a analizar. La señal de temperatura es también digitalizada y registrada vía ordenador personal. Las medidas de presión y temperatura se realizan cada minuto.

2. Analizador termobarométrico según reivindicación 1, **caracterizado** porque se destina a medir presiones de gases, que aparecen durante la descomposición y/o síntesis de diversos materiales, tales como superconductores a base de mercurio en los compuestos del tipo $\text{HgBa}_2\text{Ca}_{n-1}\text{Cu}_n\text{O}_{2n+2+x}$, sintetizados a temperaturas, variando desde temperatura ambiente hasta 900°C , en ampollas cerradas de cuarzo.

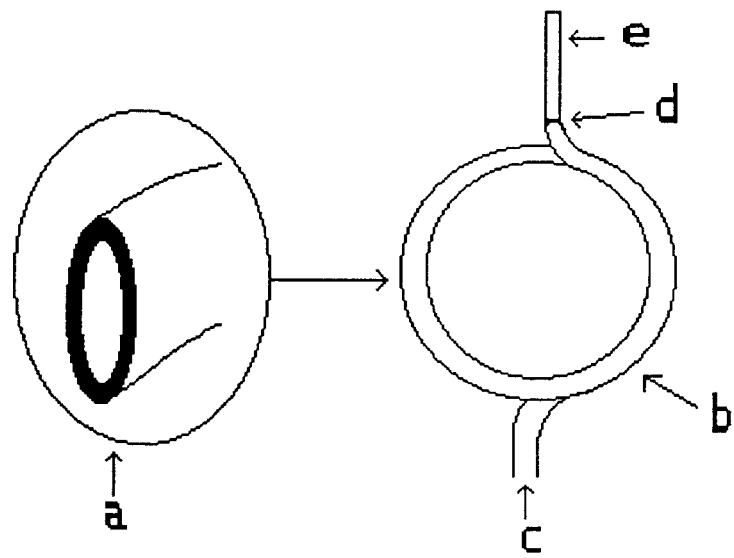


Fig.1

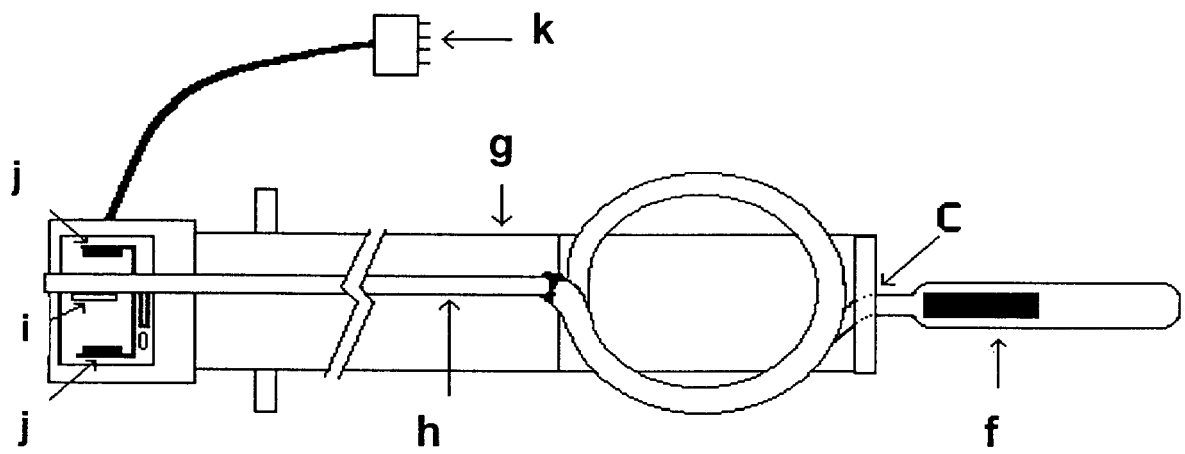


Fig.2

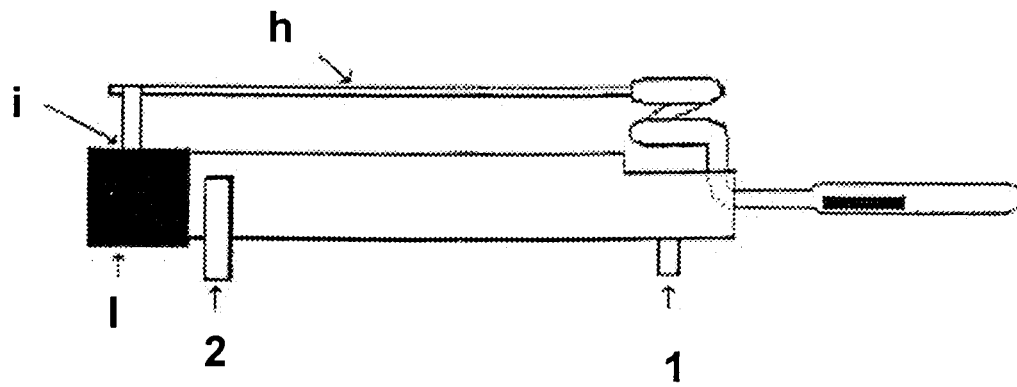


Fig. 3

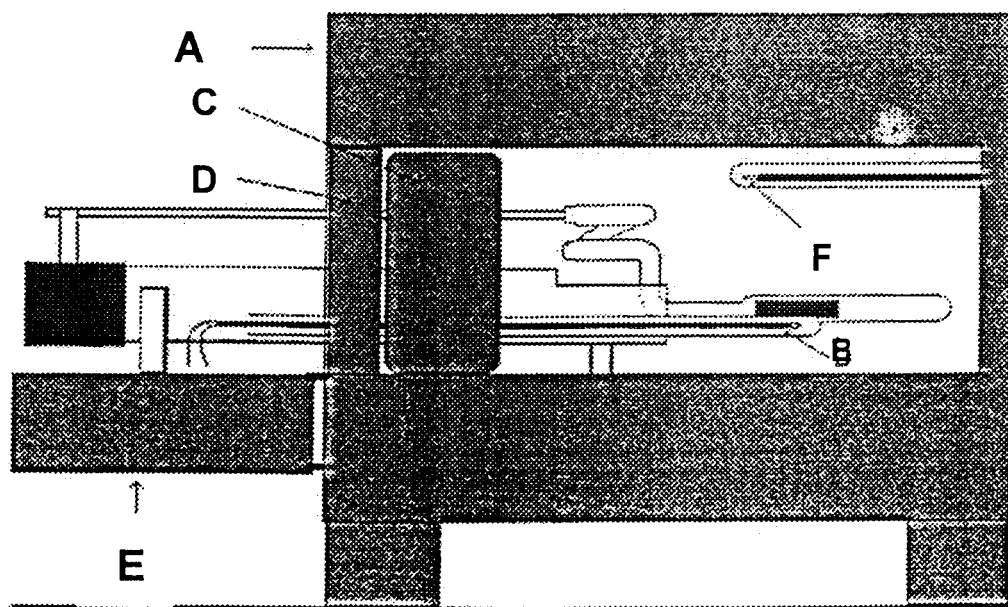


Fig. 4

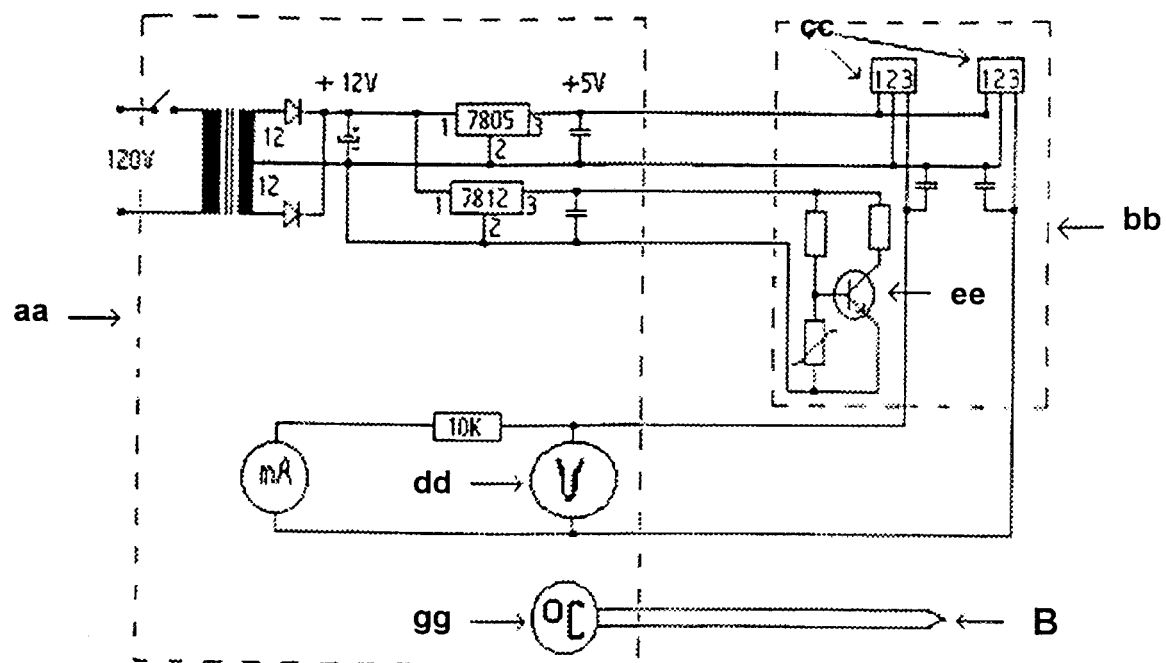


Fig.5

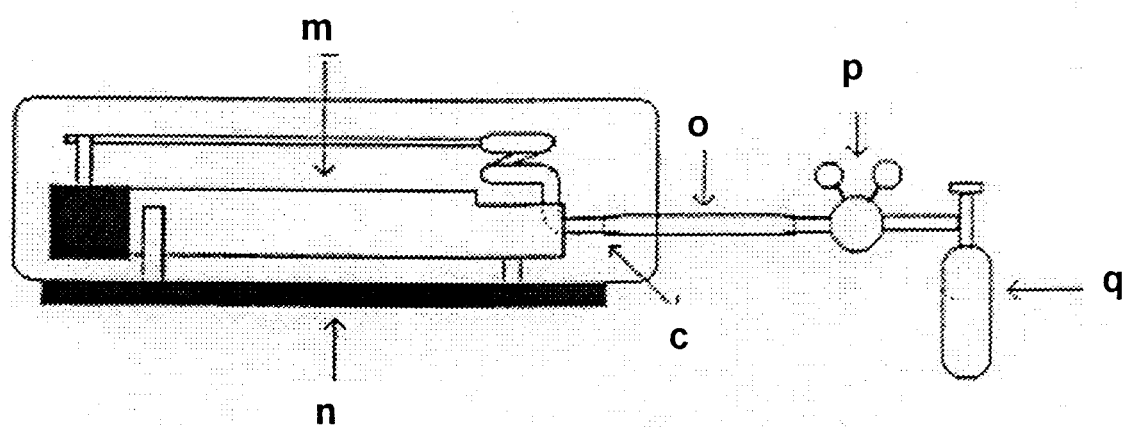


Fig.6

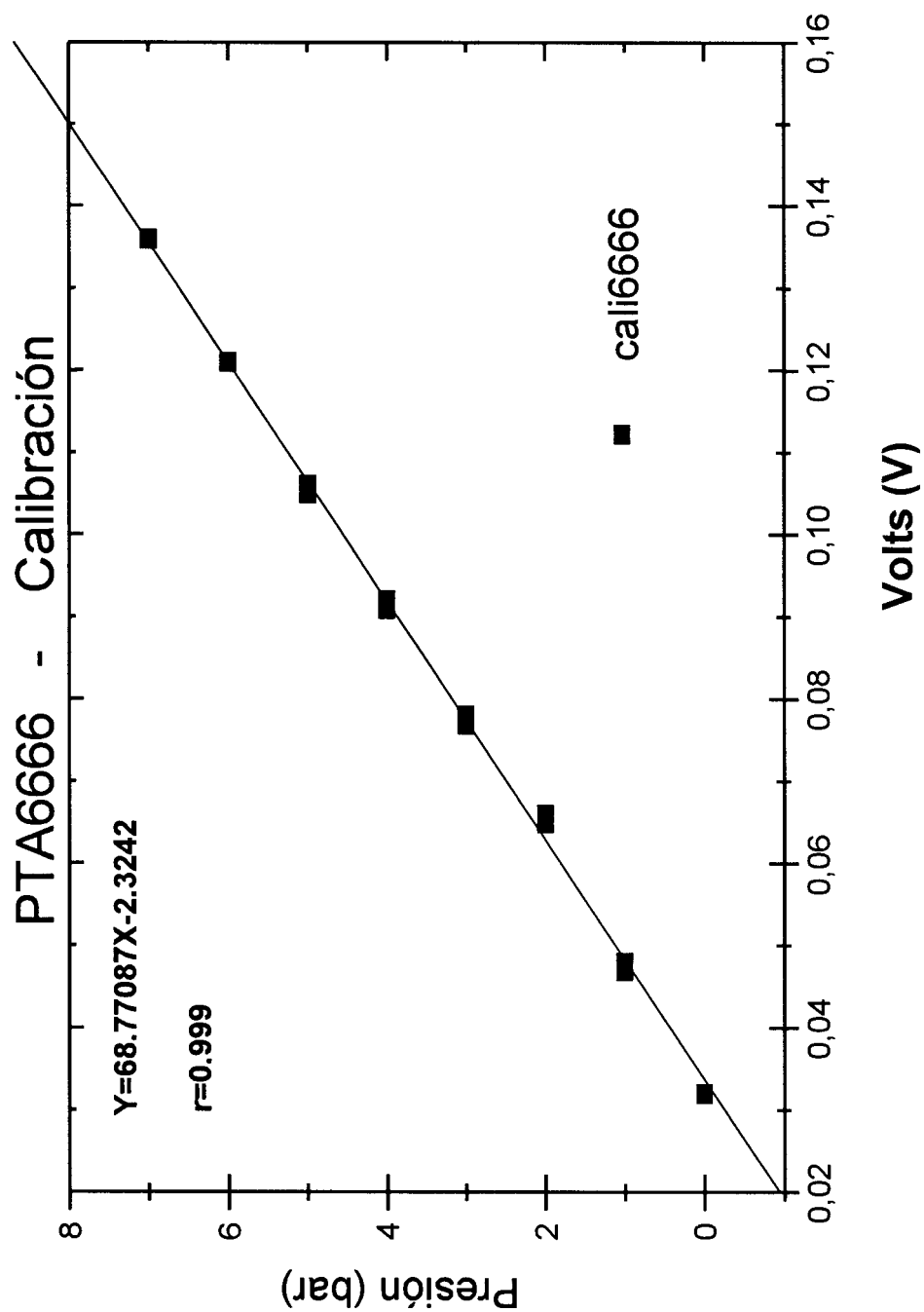


Fig. 7

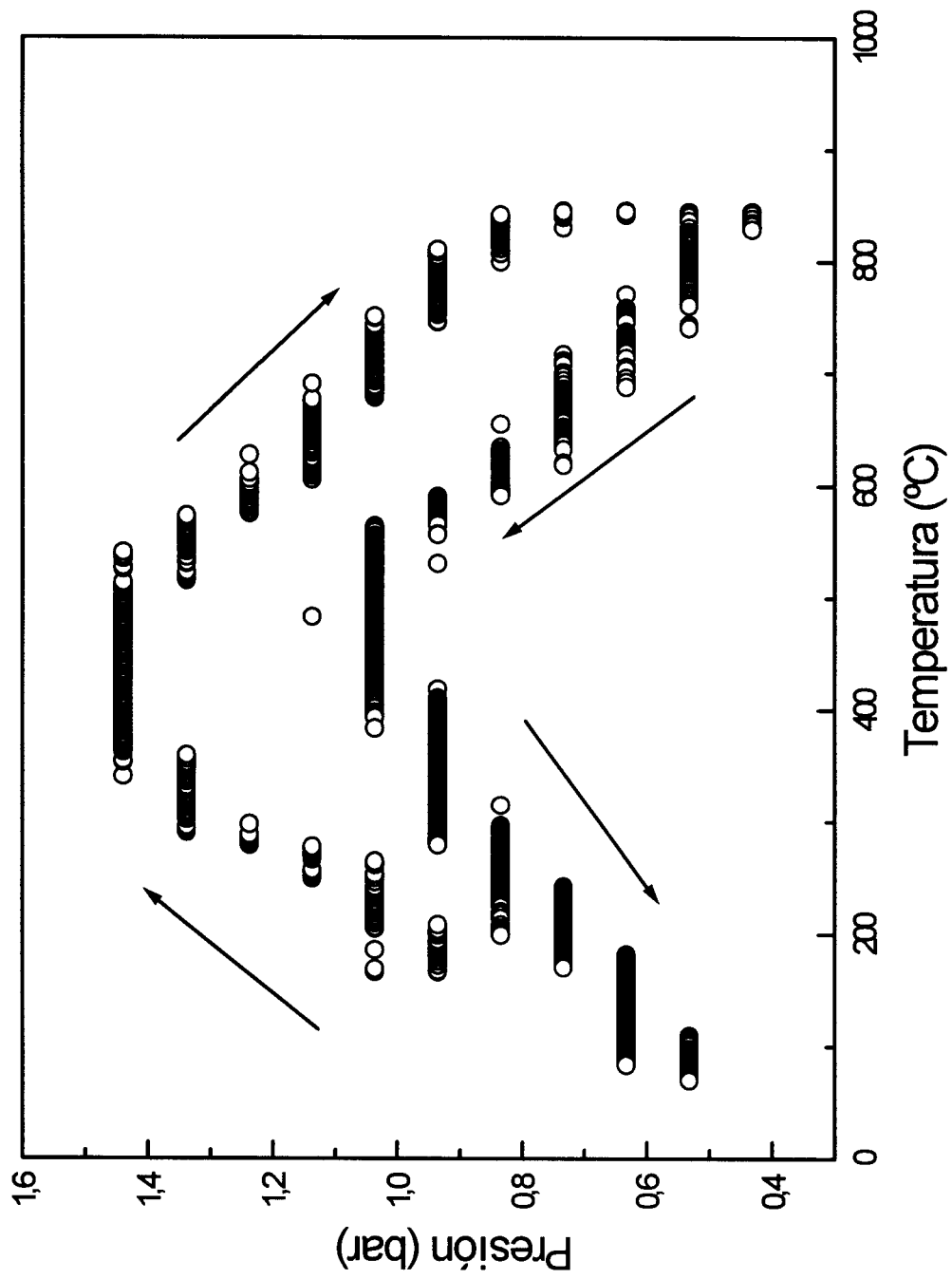


Fig. 8

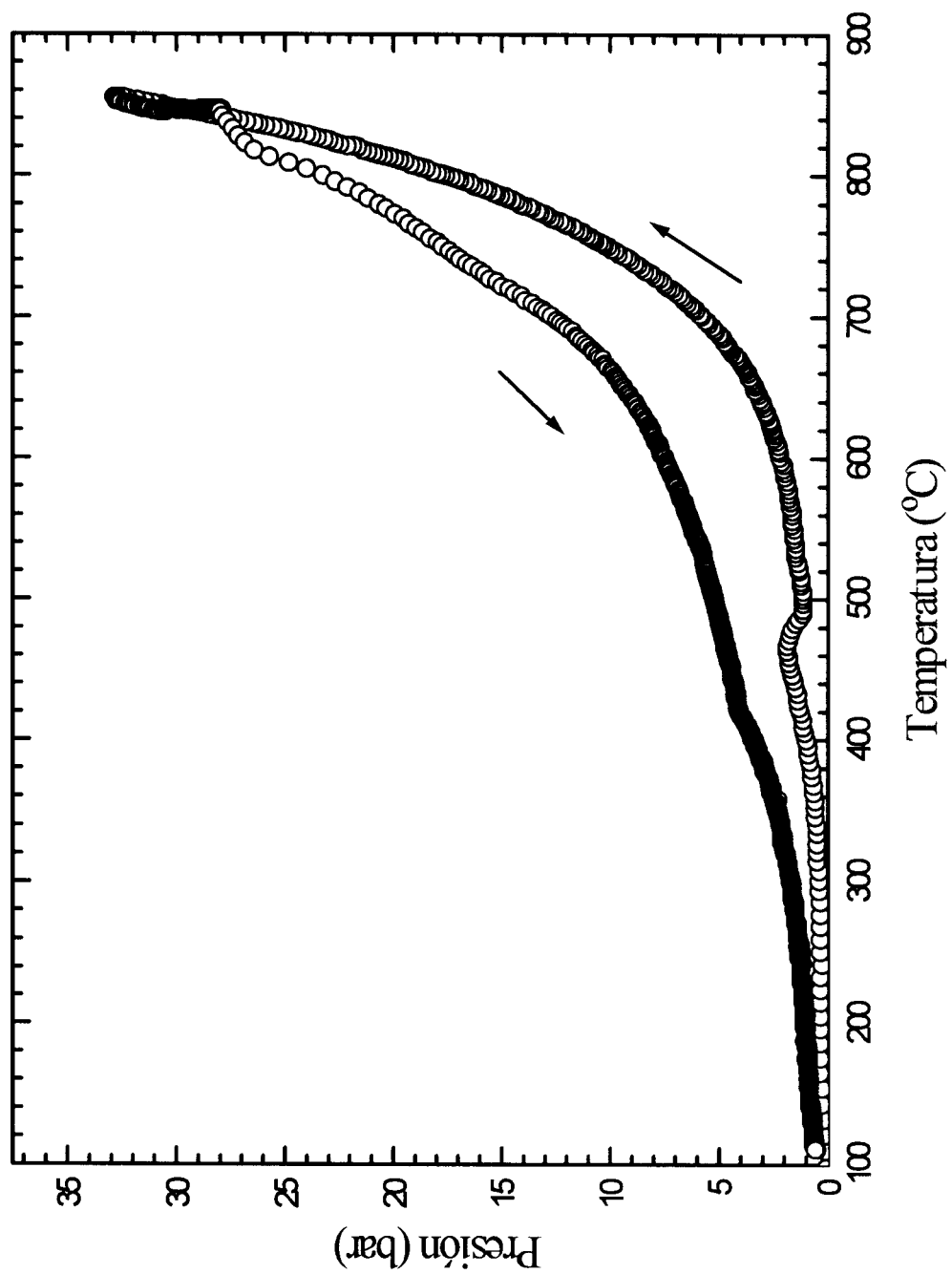


Fig. 9

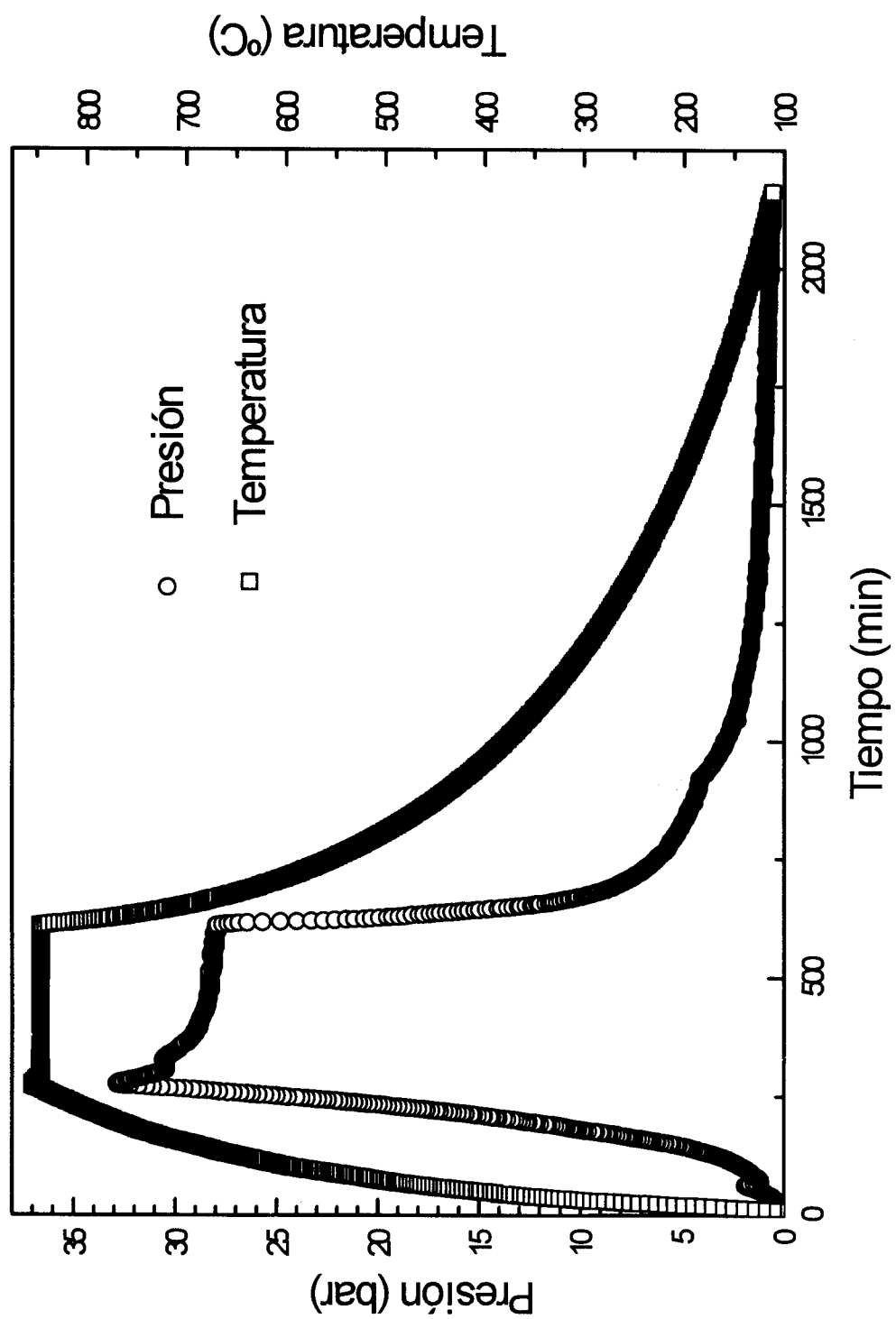


Fig. 10



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA

- ⑪ ES 2 157 748
⑫ N.º solicitud: 009802355
⑬ Fecha de presentación de la solicitud: 11.11.1998
⑭ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑮ Int. Cl.⁷: G01L 7/04, 9/14

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
E	BR 9802880 A (ALFREDO GONÇAVES CUNHA) 28.03.2000, todo el documento.	1,2
A	US 3915009 A (WORDEN et al.) 28.10.1975, columna 3, línea 60 - columna 4, línea 57; figura 1.	1
A	FR 2537278 A1 (PROTAIS, SA) 08.06.1984, resumen; página 4, línea 11 - página 6, línea 13; página 8, líneas 1-24; figuras 1,2,5; reivindicaciones 1,2,4.	1
A	BASE DE DATOS WPI en EPOQUE, semana 198745, Derwent Publications Ltd. (Londres, GB), AN 1987-314954, Clase S02 & EP 244736 A (KMK-SENSORTECH, GMBH) 11.11.1987, resumen.	1
A	SIN, A. et al. Formation and stability of HgCaO ₂ , a competing phase in the synthesis of Hg _{1-x} RexBa ₂ Ca ₂ Cu ₃ O _{8+delta} superconductor. Physica C 306 (Septiembre 1998), páginas 34-46.	

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones n.º:

Fecha de realización del informe

21.06.2001

Examinador

A. Figuera González

Página

1/1